

明 細 書

サンプリング装置

5 技術分野

液体試料を測定ユニットへ導入するためのサンプリング装置に関する。

背景技術

食品原料となる糖液や飲料、アルコール、ガソリンといった様々な液体試料の
10 密度や屈折率などを測定するのに、サンプリング装置が用いられる。サンプリング装置には、測定ユニットへ試料を導入するだけでなく、測定経路の洗浄や乾燥を自動的に行う機能を有したものもある。

図 8 はサンプリング装置の構成の一例を示す。密度計 1 へ容器 2 内の試料を導入する
15 入するのに、このサンプリング装置は、ダイヤフラム式ポンプ 301 を備えている。試料の導入を開始する場合、このポンプ 301 を用いて、乾燥した空気を容器 2 内に送り込むことにより、液体試料は、その容器 2 から吐出しその容器 2 と密度計 1 とを接続する配管を通じて密度計 1 へ導かれる。密度計 1 を通過した後、試料は外部へ排出される。密度計 1 へ導入した試料について測定が行われると、ポンプ 301 によって洗浄剤および乾燥剤が測定経路に順次送り込まれる。測定
20 経路の洗浄や乾燥が完了すると、次の試料について同様の手順が行われる

石油製品の品質管理現場では、このようなサンプリング装置を用いて、潤滑油や軽油などの複数種類の試料が代わる代わる測定され、また飲料製造の品質管理現場でも、完成品や中間製品、例えばジュースやその原料となるシロップなどが代わる代わる測定される。

25 複数種類の試料が代わる代わる測定される場合、測定ユニットへ導入される試

料の間で粘度が大きく異なることも多い。ポンプを用いて試料に与える圧力をその試料に応じて変更しなければ、試料が測定ユニットへ導入されなかったり、逆に試料が過剰に採取されてしまったりする。さらに、測定ユニットへ導入された試料に気泡が混入し、測定に悪影響を及ぼすこともある。

- 5 このサンプリング装置では、ポンプ301から容器に送り込む空気の圧力を試料の粘度に応じて調整するために、ニードルバルブ302と開閉バルブ303とを備えている。ポンプ301の吸引経路の流量をこれらのバルブ302および303で変化させる。試料の粘性が低い場合、開閉バルブ303は閉じられる。この場合、ニードルバルブ302のニードルによって、その試料に適当なごく少ない量に流量を調節することができる。試料の粘性が高い場合、開閉バルブ303
10 を開けることにより、大きな流量が確保される。

このようにニードルバルブ302と開閉バルブ303を用いることで容器2から試料を採取する速度を調整することができる。

- しかしながら、試料が変わる度にバルブ302および303の設定を変更しなければならぬので、試料の種類が多数あると、その変更作業が煩雑になる。また、誤った変更を行ったり、必要な変更が行われなかったりする可能性もある。
15

発明の開示

- 本発明は、このような従来の技術における課題を解決するために、様々な試料
20 についての測定を簡便に行うことができるサンプリング装置を提供することを目的とする。

この目的を達成するために、本発明は、以下の構成を採用する。

- 本発明のサンプリング装置では、ペリスタリックポンプを用いて液体試料を測定ユニットへ導入する。判定手段は、その試料が測定ユニットへ導入されたか否
25 かを判定する。この判定には、測定ユニットから試料を排出する経路に設けたり

ミットセンサを利用することができる。リミットセンサを利用する場合、判定手段は、そのセンサの出力と試料の採取開始からの経過時間に基づいて判定を行う。試料の採取開始から所定時間が経過してもそのリミットセンサが試料を検知しなければ、判定手段は、試料が導入されていないと判定する。制御手段は、判定結果に基づいてペリスタリックポンプを制御する。試料が導入されていないと判定された場合、例えばペリスタリックポンプを制御しサンプリング速度を増加させる。

このように本発明では、液体試料が測定ユニットへ導入されたか否かに基づいてペリスタリックポンプが制御されるため、過剰サンプリングや気泡の混入を避けながら確実に多量種類の試料を代わる代わる測定ユニットへ導入することができる。

以下、添付図面を参照して、本発明の実施の形態を説明する。尚、以下の実施の形態は、本発明を具体化した一例であって、本発明の技術的範囲を限定する性格のものではない。

15

図面の簡単な説明

- 図 1 は本発明の実施の形態におけるサンプリング装置の概略構成を示す図；
- 図 2 はノズルと容器のシール部を説明するための断面図；
- 図 3 はノズルと容器の別のシール部を説明するための断面図；
- 20 図 4 は本発明の実施の形態におけるサンプリング装置と従来例のサンプリング装置の採取時間を比較する図；
- 図 5 は本発明の実施の形態におけるサンプリング装置と従来例のサンプリング装置の採取時間を比較する別の図；
- 図 6 は本発明の実施の形態におけるサンプリング装置で純水とオイルを交互に
- 25 測定した場合の測定結果を示す図；

図 7 は試料採取量を示す図；そして

図 8 は従来のサンプリング装置の一例を説明するための図である。

発明を実施するための最良の形態

- 5 図 1 は本発明の実施の形態におけるサンプリング装置の概略構成を示す。

このサンプリング装置は、液体試料の密度を測定するための密度計 1 を備えている。この密度計 1 には、振動式のものをを用いることができる。容器 2 から採取した試料をこの密度計 1 に導入する。

- 10 試料の採取には、ペリスタリックポンプ 3 を用いる。乾燥筒 4 で乾燥した空気をペリスタリックポンプ 3 が吸引し、その空気を容器 2 に送り込む。これによって、液体試料は加圧され容器 2 から吐出する。液体試料の加圧にペリスタリックポンプ 3 を用いることで、粘度の低い試料から粘度の高い試料まで様々な試料を適宜採取することが可能となる。また、ニードルバルブを用いて流量を調整する必要がなく、精密に加工されたニードルを用いる必要もなくなる。

- 15 密度計 1 から試料を排出する配管 101 には、リミットセンサ 5 が設けられている。このリミットセンサ 5 には、液検出に一般的な透過型の光学センサを採用することができる。リミットセンサ 5 の出力信号から、試料が配管内を流通しているか否かを区別する。

- 20 リミットセンサ 5 はコントローラ 6 に接続されている。コントローラ 6 は、密度計 1 やペリスタリックポンプ 3、電磁弁 7、8 および 9 を制御する。このコントローラ 6 には、CPU などの制御演算手段を用いることができる。

- 密度の測定を開始する場合、コントローラ 6 は電磁弁 7 および 8 を制御して、乾燥筒 4 からペリスタリックポンプ 3 を介して容器 2 へ至る経路を接続する。そして、ペリスタリックポンプ 3 に制御電圧を与えてペリスタリックポンプ 3 を動作させる。
- 25

この実施の形態におけるコントローラ 6 がペリスタリックポンプ 3 に与える制御電圧は 2 段階の電圧のいずれかである。制御電圧の高低でペリスタリックポンプ 3 の出力が上下し、サンプリング速度が増減する。試料の採取開始時に与えられる電圧は、低い方の電圧である。

- 5 低粘度の試料であれば、容器 2 内の試料は円滑に密度計 1 へ導入され、密度計 1 はコントローラ 6 の指示に従って測定を行う。

密度計 1 を通過した試料は排出される前に配管 101 を流通する。上述したように配管 101 を流通しているか否かはリミットセンサ 5 の出力によって区別することができる。コントローラ 6 は所定量の試料が配管 101 を流通したと判断

- 10 すると、密度の測定を終了するため、ペリスタリックポンプ 3 を停止する。

測定終了後、コントローラ 6 は必要に応じてノズル 10 を洗浄する。このノズル 10 は、容器 2 へ加圧用の空気を送り込むためのものである。ノズル 10 を洗浄する場合、コントローラ 6 は電磁弁 7 および 9 を制御して洗浄装置 11 からポンプ 12 を介してノズル 10 に至る経路を接続する。洗浄装置 11 は、洗浄液や

15 乾燥液を供給するために用いられる。ポンプ 12 を用いて洗浄装置 11 から洗浄液および乾燥液を順次ノズル 10 に供給することにより、ノズル 10 や測定経路の洗浄および乾燥が行われる。

図 2 はノズルが挿入された容器の断面図である。ノズル 10 はノズルホルダ 201 を用いて取り外し可能に容器 2 に取り付けられている。シール部材 202 は

20 容器 2 へ挿入された部材とその容器 2 とをシールするために用いられる。図ではノズル 10 とノズルホルダ 201 とをシールしている。ここでは、シール部材 202 は、緩衝ラバー 203 とキャップ 204 とを有する。

ノズル 10 の洗浄に用いるトルエンのような洗浄液は溶解性が強い。また重油のような試料の場合、試料およびその測定経路を 60℃から 90℃程度に加熱す

る必要があり、耐熱性も要求される。このため、このシール部材 202 では、シートと緩衝ラバー 204 との二層構造を採用している。

5 緩衝ラバー 203 には、様々な形態の容器に対して密閉性を確保するため、耐熱性もあって弾力性もある EPDM（エチレン・プロピレンジエンモノマー）のような素材を用いる。

キャップ 204 は耐溶剤性および耐熱性を有したシート材であり、例えばテフロン系素材を用いる。このキャップ 204 は緩衝ラバー 203 の変形を防止する。

10 このようなシール部材 202 を用いるのが好ましいけれども、図 3 に示すように、シール部にパッキン 205 を用いることも可能である。しかしながら、一つのパッキン 205 では、長期間漏れを防止するのは困難である。例えば 80℃ の温度でオイルの自動測定を連続して行った場合、パッキンを 20 日で交換する必要があったが、二層構造を有したシール部材では、同じ条件で、寿命が 90 日以上に延びることを確認した。

15 上述の構成により洗浄および乾燥が済めば、種類の異なる試料を次に測定することができる。低粘度の試料から高粘度の試料へ変わったときにも、まずコントローラ 6 は上述のように低い制御電圧をペリスタリックポンプ 3 に与える。しかしながら、試料の粘度によってはポンプの出力が不足し、試料が密度計 1 へ導入されない。

20 このため本実施の形態におけるサンプリング装置では、コントローラ 6 は試料の採取開始からの経過時間を計測するためのタイマ 61 を有しており、制御演算手段はソフトウェアの指令に従って判定手段 62 としても機能する。

判定手段 62 は、密度計 1 へ試料が導入されたか否かを判定する。ここでは、その判定は、タイマ 61 の値とリミットセンサ 5 の出力とに基づいて行われる。

25 試料の採取開始からの経過時間が所定時間以上になっても、配管 101 に試料が

流通していないことがリミットセンサ 5 により検知されている場合、判定手段 6 2 は、密度計 1 へ試料が導入されていないと判定する。

5 コントローラ 6 は、試料が導入されていないと判定された場合に、ペリスタリックポンプ 3 を制御してサンプリング速度を増加させる。ここでは、制御電圧を低い方の電圧から高い方の電圧に切り替えることにより、サンプリング速度を変更する。この変更によって、高粘度の試料も密度計 1 へ導入することができる。

このようにサンプリング速度の変更は自動的に行われるため、確実かつ簡便に多数種類の試料を代わる代わる測定ユニットへ導入することができる。さらに、過剰サンプリングや気泡の混入も避けることができる。

10 なお、高粘度の試料の次に低粘度の試料を測定する場合でも、この実施の形態におけるサンプリング装置では、採取開始時の制御電圧が常に低い値に設定されているため、過剰にサンプリングされる恐れはない。

図 4 および 5 は本実施の形態におけるサンプリング装置と図 8 のサンプリング装置とで粘度既知の 2 種類の試料をそれぞれ採取したときのサンプリング時間を示す。図 5 では、実線が本実施の形態におけるサンプリング装置に対応し、点線が従来例のサンプリング装置に対応する。図 4 および 5 に示すように、従来例のサンプリング装置で測定できた試料の粘度が最高 6 0 0 0 mP a · s であるのに対し、本実施の形態におけるサンプリング装置では最高 3 0 0 0 0 mP a · s の粘度の試料まで測定することが可能となっている。また、本実施の形態における
20 サンプリング装置を用いることによって、いずれの試料でもサンプリング時間が大幅に短くなっている。

また、図 6 は純水とオイル（粘度 2 0 0 0 mP a · s）とを交互に測定した場合、測定結果を示す。この例で示すように、本実施の形態におけるサンプリング装置では、低粘度の試料と高粘度の試料を交互に測定する場合でも、安定した測定
25 定を行うことが可能である。

図7は8 mLバイアル瓶に純水を採取した場合の採取量を示す。このように繰り返し測定を行った場合でも、サンプリング停止時の採取量は極めて安定している。

上述した実施の形態は、本発明の技術的範囲を制限するものではなく、既に記載したものの以外でも、その範囲内で種々の変形や応用が可能である。

例えば密度計1の代わりに別の測定ユニットを採用することができる。

また、コントローラ6と判定手段62とを別々のハードウェアで実現するようにしてもよい。

さらに、コントローラ6がペリスタリックポンプ3の出力を多段階または連続的に変更するようにしてもよい。

また、リミットセンサ5の出力とタイマ61の値に基づいて試料が導入されたか否かを判定する代わりに、測定ユニットの測定結果に基づいてその判定を行うこともできる。

また、本サンプリング装置では、気泡の混入は抑制されるが、採取時に経路に振動を与えれば、気泡が混入した場合でも、経路に気泡が停滞せず測定誤差を抑えることができる。例えば配管101に電磁弁を設け、その電磁弁を周期的に開閉するようにすればよい。

産業上の利用可能性

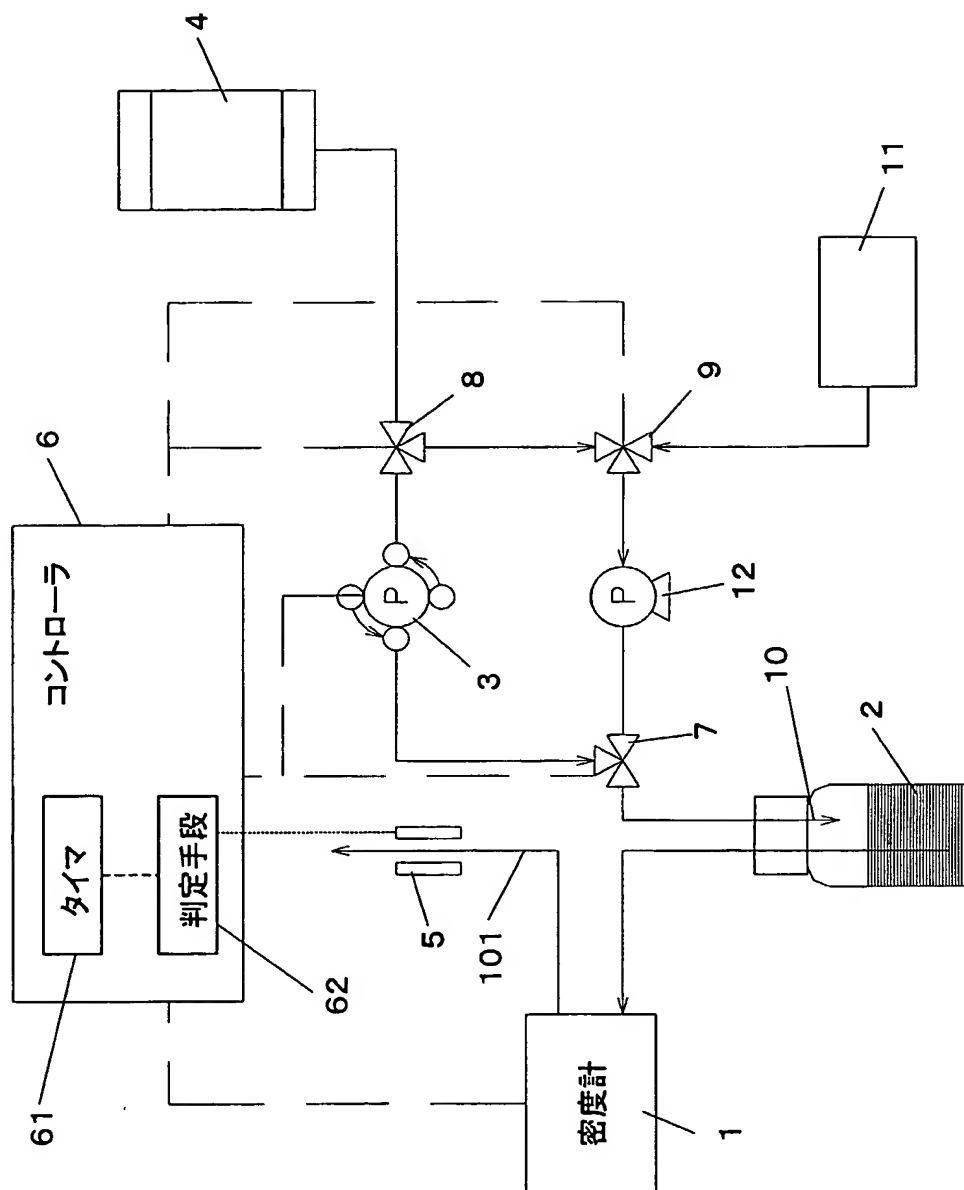
本発明は、過剰サンプリングや気泡の混入を避けながら確実かつ簡便に多数種類の試料を代わる代わる測定ユニットへ導入することができるという効果を有し、様々な液体試料サンプリング装置に有用である。

請求の範囲

1. 液体試料を測定ユニットへ導入するためのペリスタリックポンプ、
その試料が導入されたか否かを判定する手段、および
- 5 判定結果に基づいてペリスタリックポンプを制御する手段
を備えたサンプリング装置。
2. 制御手段は、試料が導入されていないと判定された場合に、ペリスタリック
クポンプを制御しサンプリング速度を増加させる請求の範囲第1項記載のサンプ
10 リング装置。
3. 測定ユニットから試料を排出する経路にリミットセンサを有し、
判定手段は、試料の採取開始からの経過時間とリミットセンサの出力とに基づ
いて判定を行う請求の範囲第1項記載のサンプリング装置。
- 15 4. 試料の容器へ挿入された部材とその容器とのシール部に、耐溶剤性および
耐熱性のシートと緩衝ラバーとを備えた請求の範囲第1項記載のサンプリング装
置。

1/8

図1



2/8

図2

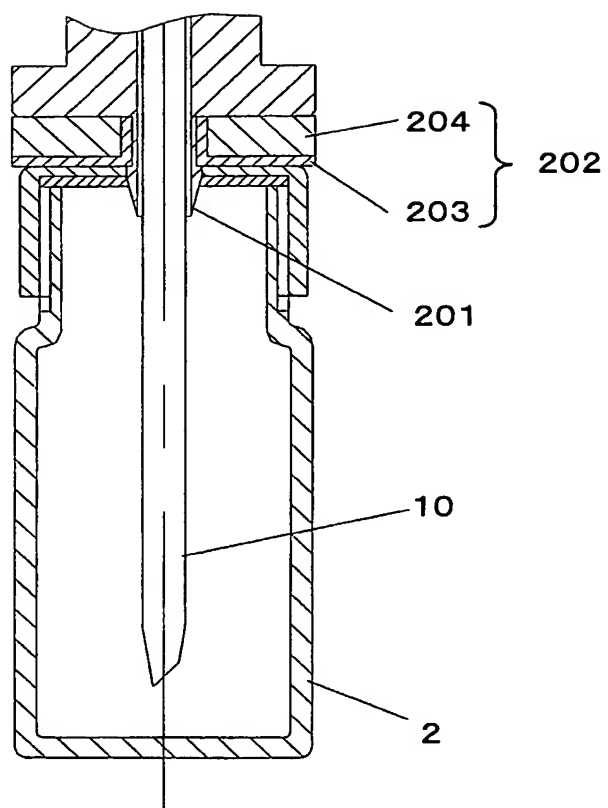


図3

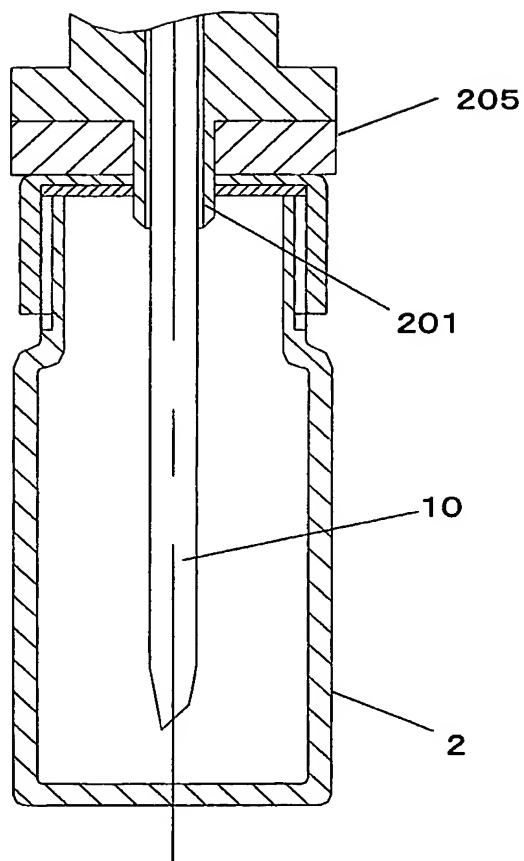
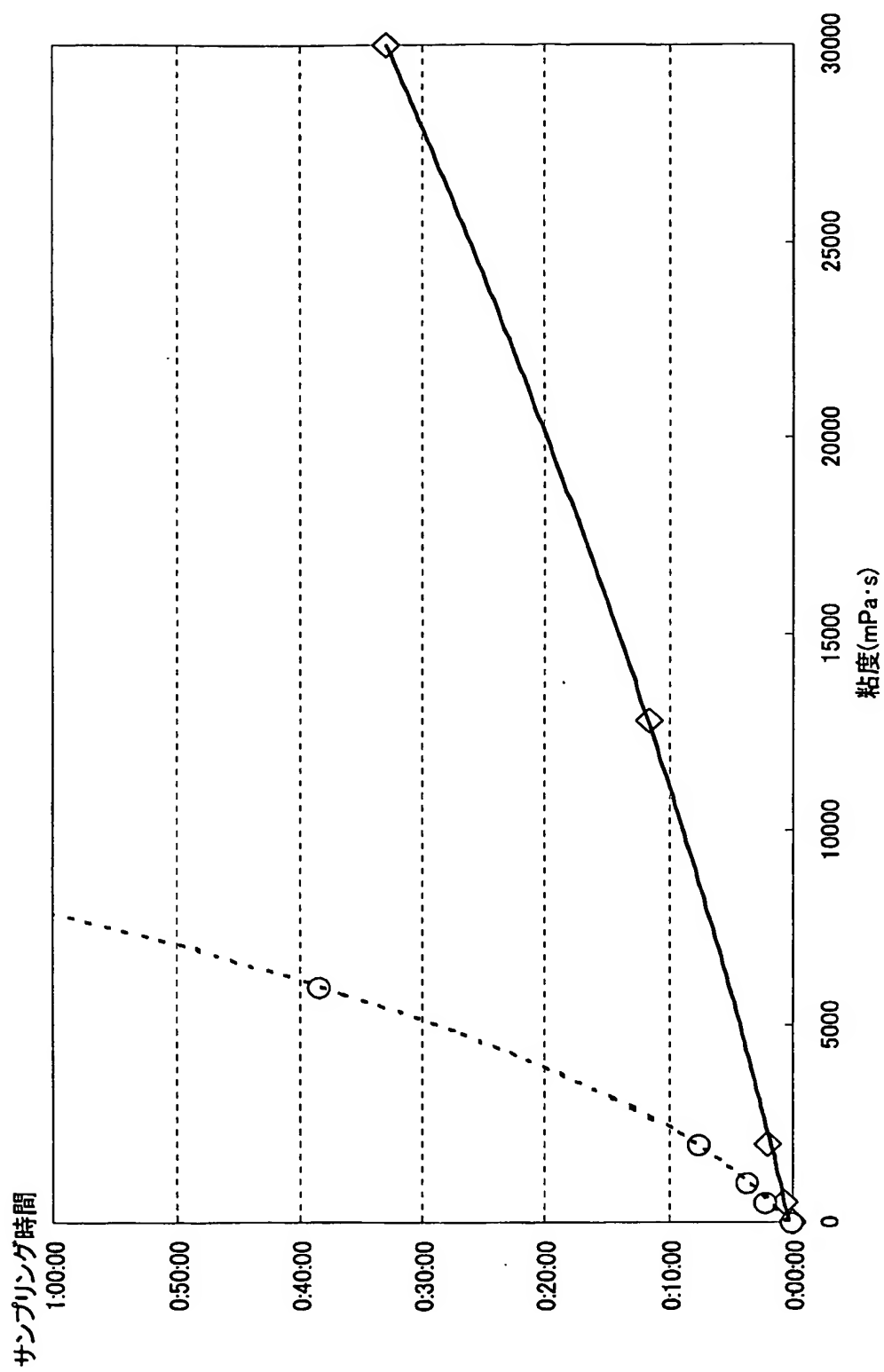


図4

粘度 mPa·s	採取時間	
	図8の例 hh:mm:ss	図1の例 hh:mm:ss
0	0	0
500	0:02:11	0:00:38
1000	0:03:35	
2000	0:07:36	0:02:05
6000	0:38:24	
12800		0:11:39
30000		0:32:59

5/8

図5



6/8

図6

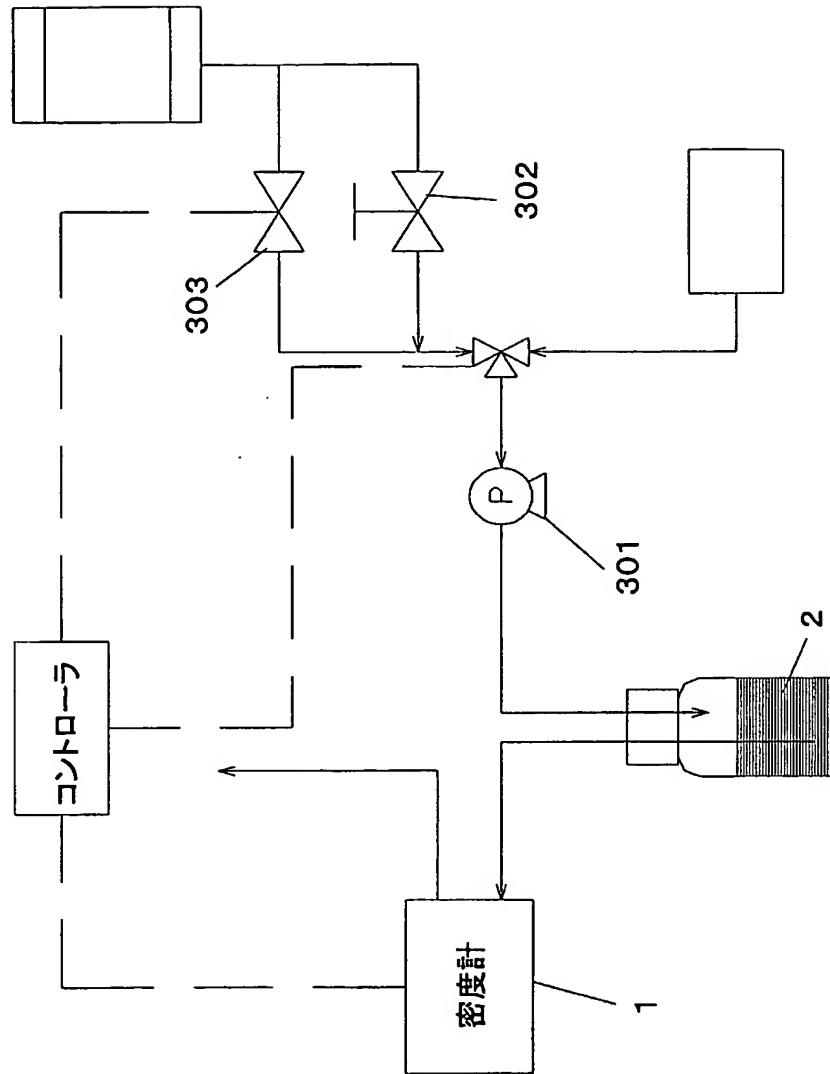
測定順	Pure Water	測定順	Oil(JS2000)
	$\text{g/m}^3 \times 10^6$		$\text{g/m}^3 \times 10^6$
1	0.99823	2	0.88237
3	0.99821	4	0.88237
5	0.99822	6	0.88237
7	0.99822	8	0.88237
9	0.99821	10	0.88237
11	0.99821	12	0.88238
13	0.99821	14	0.88237
15	0.99822	16	0.88237
17	0.99821	18	0.88238
19	0.99822	20	0.88238
21	0.99822	22	0.88238
23	0.99822	24	0.88238
25	0.99822	26	0.88238
27	0.99822	28	0.88237
29	0.99822	30	0.88237
Mean	0.99822	Mean	0.88237
SD	0.00001	SD	0.00001
RSD(%)	0.00059	RSD(%)	0.00057
R	0.00002	R	0.00001

図7

検体数	試料採取量 (g)	検体数	試料採取量 (g)
1	6.3310	21	6.3467
2	6.3109	22	6.3226
3	6.2235	23	6.2999
4	6.2522	24	6.3462
5	6.3045	25	6.2856
6	6.2812	26	6.3329
7	6.2224	27	6.2691
8	6.2497	28	6.2542
9	6.2911	29	6.2625
10	6.3395	30	6.3061
11	6.2409	31	6.2892
12	6.3123	32	6.2994
13	6.2464	33	6.2649
14	6.3457	34	6.2660
15	6.2941	35	6.2898
16	6.3038	36	6.3034
17	6.2930	37	6.2986
18	6.3155	38	6.2469
19	6.1911	39	6.3262
20	6.2534	40	6.2992

8/8

図8



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/000214

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ G01N1/10.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ G01N1/00-1/44

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JICST FILE (JOIS)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 56-147013 A (Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.), 14 November, 1981 (14.11.81), Full text; all drawings (Family: none)	1, 2 3, 4
Y	WO 96/4067 A (FSM TECHNOLOGIES LTD.), 15 February, 1996 (15.02.96), Full text; all drawings & JP 10-503847 A Full text; all drawings	3
Y	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 194044/1981 (Laid-open No. 100039/1983) Full text; all drawings (Family: none)	4

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
13 April, 2004 (13.04.04)Date of mailing of the international search report
18 May, 2004 (18.05.04)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ G 01 N 1 / 10

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ G 01 N 1 / 00 - 1 / 44

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国登録実用新案公報	1994-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

J I C S T ファイル (J O I S)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	J P 56-147013 A (京都電子工業株式会社), 1981. 11. 14, 全文, 全図, (ファミリーなし)	1, 2 3, 4
Y	WO 96/4067 A (FSM TECHNOLOGIES LTD.), 1996. 02. 15, 全文, 全図 & J P 10-503847 A, 全文, 全図	3
Y	実願昭56-194044号 (実開昭58-100039号) のマイクロフィルム 全文, 全図, (ファミリーなし)	4

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

13. 04. 2004

国際調査報告の発送日

18. 5. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

遠藤 孝徳

2 J

2909

電話番号 03-3581-1101 内線 3250